

FILM COMPOSITE MULTICOUCHES ET UTILISATION DE CE FILM.

La présente invention se rapporte à un film composite multicouche, de qualité alimentaire, dont l'épaisseur est
5 comprise entre 30 μm et 120 μm , comprenant une couche à base de PP prise en sandwich entre deux couches externes de LLDPE dont la densité d est $0,919 < d < 0,930 \text{ g/cm}^3$, ainsi qu'à une utilisation de ce film.

Les films composites multicouches sont bien connus et
10 sont généralement destinés à combiner les propriétés physiques ou chimiques de différents matériaux polymères en fonction des propriétés recherchées.

On connaît du EP 0 247 896 un film soudable comportant une couche de base qui comprend une polyoléfine, qui présente sur au moins une de ses faces 1 à 20% en poids basé sur
15 la couche de base d'un film comprenant un mélange de 70 à 95% en poids d'un LLDPE et 5 à 30% en poids d'une résine d'un poids moléculaire inférieur à celui du LLDPE.

Un autre film soudable multicouche à base de polypropylène comprenant au moins une couche externe de LLDPE dont la densité est de $0,893\text{--}0,905 \text{ g/cm}^3$, le melt index de 0,1-10 g/10 minutes et contenant jusqu'à 20% d'un comonomère, dans
20 le JP 09 207294.

Dans le JP 09 314769, on a décrit un film soudable
25 comprenant un film de résine flexible de type polypropylène sur les faces opposées duquel des films de LLDPE sont laminés.

Le JP 10 272747 se rapporte à un film étirable à trois couches ou plus comprenant en surface une couche de LLDPE et
30 une couche de copolymère amorphe et comme couche médiane un mélange de polypropylène (C), de polybutène-1 (D) dans un rapport $(C)/(D) = 0,1\text{--}9,0$. Un surfactant de type nonionique est combiné avec une ou plusieurs des couches.

5 cipales c'est-à-dire, en plus des propriétés de souplesse
nécessaire pour permettre la fermeture étanche du conduit
formant la valve, les propriétés élastiques et la compati-
bilité avec les normes alimentaires. De préférence, le film
selon l'invention devrait résister à la température du
liquide à conditionner qui peut s'élever à 80°, voire 90°,
en gardant intactes ses propriétés de souplesse et d'élasti-
cité.

10 A cet effet, la présente invention a tout d'abord pour
objet un film composite multicouche~~ø~~ du type susmentionné,
tel que défini par la revendication 1. Elle a également pour
objet une utilisation de ce film telle que définie par la
revendication 7. Différentes exécutions préférées du film
composite correspondent aux définitions données dans les
15 revendications dépendantes de la revendication 1.

20 Les tests effectués avec le film multicouches objet de
la présente invention ont montré qu'un tel film permet de
répondre à l'ensemble des exigences susmentionnées, aussi
bien en ce qui concerne la valve que la capacité de retenue
de la paille dans le conduit de la valve et évidemment l'in-
troduction de cette paille dans ce conduit. Ce film permet
en outre de conserver l'ensemble de ces propriétés après un
conditionnement du liquide effectué à une température d'au
moins 80°C et qui peut atteindre 90°C.

25 L'invention sera mieux comprise à la lecture des exem-
ples qui vont suivre.

30 Selon une forme d'exécution, les deux couches externes
du film multicouche~~ø~~ objet de la présente invention sont
formées d'un LLDPE (Linear Low Density Polyéthylène), le Dow
Elite® 5110, dont la densité d est de 0,925 g/cm³ et le melt
index MI de 0,85 g/10 minutes selon la norme ASTM D 1238,
mesure effectuée à 230°C, en appliquant une masse de 2,16
kg, avec une buse standard de 2,095 mm de diamètre alors que
le point de ramollissement Vicat T°, est de 113°C. De préféré-

rence, on ajoute un agent de glissement, dans cet exemple, 900 ppm d'Erucamide® qui est ^e un dérivé de l'acide erucique ~~dont la molécule est~~ ^{le} \langle cis-docosèn-13 amide \rangle dans au moins une des deux couches externes du film, c'est-à-dire celle qui se trouvera à l'intérieur du canal formant la valve et qui sera donc en contact avec la paille de prélèvement du liquide en vue de faciliter son glissement à l'intérieur du conduit formant la valve réalisée à l'aide du film objet de la présente invention.

10 La couche médiane de ce film prise en sandwich entre
les couches externes susmentionnées est constituée d'un mé-
lange de 60% de PP, le Moplen® EP-Q 30RF de Himont, un copo-
lymère hétérophasique dont la densité d est de $0,9 \text{ g/cm}^3$, le
melt index MI de $0,8 \text{ g/10 minutes}$ selon ASTM D 1238/L et le
15 point de ramollissement Vicat T°_v de 150°C . Cette couche mé-
diane comporte encore 20% du LLDPE utilisé pour former les
deux couches externes susmentionnées et 20% d'une polyolé-
fine thermoplastique, l'Adflex® Q100F fabriquée par Himont,
dont la densité d est de $0,89 \text{ g/cm}^3$ et le melt index MI est
20 de $0,6 \text{ g/10 minutes}$ selon ASTM D 1238.

Le rôle de cette polyoléfine thermoplastique est de conférer une élasticité suffisante au polypropylène, pour permettre au film formant la valve et en particulier le conduit d'entrée débouchant dans la valve proprement dite, de se déformer élastiquement au passage d'une partie de retenue renflée de la paille de prélèvement du liquide lors de son introduction dans cette valve. En effet, la longueur du périmètre de ce conduit d'entrée est choisie pour correspondre à celle du périmètre de cette paille, de sorte qu'après avoir introduit la partie de retenue renflée de cette paille, le conduit se resserre autour de la paille et s'oppose à sa sortie.

Cette couche médiane du film objet de cette invention a également pour rôle de conférer à ce film une résistance à

une température de 80° à 90°C, de manière à permettre le remplissage des enceintes ou sachets, dont la valve formée du film objet de la présente invention est solidaire, par des boissons conditionnées à de telles températures. Ce remplissage à chaud est effectué pour toutes sortes de boissons, notamment le lait ou les boissons à base de lait ainsi que les jus de fruits. Il doit conserver ses propriétés, en particulier ses propriétés élastiques après le conditionnement à chaud de la boisson.

10 Le film ainsi fabriqué doit aussi pouvoir être soudé sans que le soudage ne provoque sa dégradation, c'est-à-dire que celui-ci doit conserver sa compatibilité alimentaire avec les boissons qui sont conditionnées.

Les différents essais réalisés pour la mise au point de ce film multicouche ont permis de constater que si l'on peut varier l'épaisseur du film dans une plage assez étendue en fonction des besoins, de 30 μm à environ 120 μm . L'épaisseur du film est de préférence aussi mince que possible afin de permettre une cadence de fabrication élevée. Toutefois, le film étant composé de trois couches, il faut que les épaisseurs des couches respectives restent suffisantes pour pouvoir être ^{co-}extrudées. De plus, comme de préférence la couche médiane est plus épaisse que chacune des couches externes, il n'est pas possible en pratique de descendre au-dessous de 30 μm . Dans l'exemple réalisé, le film avait une épaisseur de 40 μm , avec une couche médiane de 20 μm et deux couches externes de 10 μm .

Pour permettre une bonne fermeture de la valve formée à partir du film objet de cette invention, celui-ci doit avoir une bonne souplesse. Dans le cas du LLDPE formant les couches externes et entrant dans la composition de la couche médiane, la souplesse est une fonction de la densité d. C'est la raison du choix du LLDPE dont la densité d peut légèrement varier dans une fourchette comprise entre 0,919 <

$d < 0,930 \text{ g/cm}^3$. Pour le PP, la souplesse est fonction de la densité et du melt index MI. La densité d peut varier entre $0,895 < d < 0,905 \text{ g/cm}^3$, tandis que le melt index peut varier entre 0,75 et 0,85.

- 5 La température Vicat (qui est la température de ramolissement du matériau) ^{des} ~~ne~~ doit pas être trop éloignées ~~entre~~ ^{des} ~~les~~ ^{<->} différentes couches pour permettre leur co-extrusion. Dans l'exemple susmentionné, le point Vicat T° , du LLDPE doit être $> 100^\circ\text{C}$, tandis que celui du PP doit être $< 160^\circ\text{C}$.
- 10 De préférence, ces points sont compris entre 110° et 150°C .

- (La proportion d'agent de glissement, dans cet exemple l'Erucamide® doit être inférieure à 1300 ppm. Bien que cet agent de glissement ne soit nécessaire que pour la couche du film multicouche adjacente à la face de cette feuille destinée à être située à l'intérieur du conduit de la valve, il
- 15 est préférable de l'incorporer aux deux couches externes étant donné qu'il est ensuite très difficile de faire la différence entre ces deux couches externes et qu'il y aurait donc un risque de tourner le film du mauvais côté. En ayant
- 20 les deux côtés identiques, ce problème n'existe plus.

(De préférence, le film selon l'invention, au moins dans son utilisation spécifique pour la confection de la valve susmentionnée, n'est soumis à aucun traitement d'oxydation corona.

- 25 La figure unique du dessin annexé représente, schématiquement et à titre d'exemple, une vue en plan d'une valve réalisée à l'aide d'un film multicouche, objet de la présente invention.

- (Cette valve est destinée à se trouver à l'intérieur
- 30 d'un récipient, notamment un sachet étanche, non représenté destiné au conditionnement d'un liquide, notamment d'une boisson. On voit sur cette figure deux épaisseurs 1a, 1b de ce film superposées. Ces deux épaisseurs de film 1a, 1b sont réunies par une ligne de soudage 2, ménageant entre elles un

conduit 3 formant la valve de distribution. Une découpe 4 permet de faire communiquer le conduit 3 avec l'extérieur, c'est-à-dire avec le contenu du récipient. Ce conduit 3 est normalement fermé, les deux épaisseurs de film 1a, 1b étant jointives. C'est en introduisant un élément pour les écarter que la valve s'ouvre et que le liquide peut alors circuler entre l'intérieur du récipient et l'extérieur à travers le conduit 3. L'élément servant à ouvrir le conduit 3 est lui-même formé par un conduit, notamment par une paille 5.

10 L'extrémité de cette paille présente un renflement 5a, tel que décrit dans le EP ^{0931489-A, publié après la date de priorité de la présente demande de brevet} 98420015-4. La portion d'entrée 3a du conduit 3 de la valve est rétrécie et présente un périmètre correspondant à celui de la paille 5, de sorte que cette portion d'entrée 3a s'ajuste autour de cette paille 5 et s'oppose au passage de la partie renflée 5a. Pour permettre l'introduction de la paille 5 à travers cette portion d'entrée 3a rétrécie, l'extrémité avant de la partie renflée 5a de la paille 5 présente une section croissant progressivement, alors que l'arrière de cette partie renflée est reliée par une portée à la partie cylindrique de la paille 5, ce qui l'empêche de ressortir à travers la portion d'entrée 3a du conduit 3.

Pour obtenir cet ajustement de la portion d'entrée 3a du conduit 3 autour de la paille, en permettant cependant le passage de la partie renflée 5a, le film multicouche 1a, 1b formant cette valve doit présenter une élasticité suffisante pour se resserrer autour de la paille 5 après le passage de cette partie renflée 5a. C'est notamment l'un des rôles du film multicouche objet de l'invention.

30

REVENDECATIONS

1. Film composite multicouches, de qualité alimentaire, dont l'épaisseur est comprise entre 30 μm et 120 μm , comprenant une couche ^{médiane} à base de PP prise en sandwich entre deux couches externes de LLDPE dont la densité d est $0,919 < d < 0,930 \text{ g/cm}^3$, caractérisé en ce ^{que} la couche médiane comprend 50-70% en poids de PP dont la densité d est $0,895 < d < 0,905 \text{ g/cm}^3$ et dont le melt index est compris entre 0,75 et 0,85 g/10 minutes, 10-30% en poids dudit LLDPE et 10-30% en poids d'une polyoléfine thermoplastique dont la densité d est $0,885 < d < 0,905 \text{ g/cm}^3$ et dont le melt index est compris entre 0,55 et 0,65 g/10 minutes.

2. Film composite selon la revendication 1, caractérisé en ce la température Vicat T° du LLDPE est $> 100^\circ\text{C}$, tandis que celle du PP est $< 160^\circ\text{C}$.

3. Film composite selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que son épaisseur est $< 60 \mu\text{m}$.

4. Film composite selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'épaisseur de la couche médiane est sensiblement le double de celle de chacune des deux couches externes.

5. Film composite selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il n'est soumis à aucun traitement d'oxydation corona.

6. Film composite selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que ^{contient jusqu'à} 1300 ppm d'un agent de glissement. ~~du type Eruamide® est ajouté à~~ au moins une des couches externes dudit film.

7. Utilisation du film composite selon l'une des revendications précédentes pour former une valve de contrôle de la distribution d'une boisson, constituée par la superposition de deux couches (1a, 1b) dudit film soudées selon deux lignes non convergentes (2) pour former un conduit de dis-

7. Film composite selon la revendication 6, caractérisé en ce que ledit agent de glissement est de l'Eruamide®.

tribution (3) par écartement desdites couches (1a, 1b), le
périmètre de la section d'entrée (3a) de ce conduit de dis-
tribution (3) correspondant à celui d'un conduit de prélève-
ment (5) destiné à l'écartement desdites couches (1a, 1b),
5 afin de s'ajuster autour de ce conduit de prélèvement (5),
ce film présentant une élasticité suffisante pour permettre
l'introduction d'un renflement (5a) de section progressive-
ment croissante, dudit conduit de prélèvement (5) suivi
d'une portée reliant ce renflement (5a) audit conduit de
10 prélèvement (5a), empêchant son retrait dudit conduit (3).

98. Utilisation selon la revendication ⁸7, caractérisé en
ce que ladite couche externe dudit film à laquelle à été
ajouté un agent de glissement est la couche adjacente audit
conduit (3).

15